



# 中华人民共和国国家标准

GB 3311—82

---

## 钨铈合金中铈的测定——氧化还原容量法

Determination of cerium in cerium-tungsten  
alloys—oxidation-reduction volumetry

1982-12-22发布

1983-09-01实施

---

国家标准局 批准

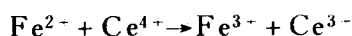
## 钨铈合金中铈的测定——氧化还原容量法

Determination of cerium in cerium-tungsten  
alloys—oxidation-reduction volumetry

本标准适用于钨铈合金中铈的测定。测定范围：0.5~5%。

## 1 原理

试样用过氧化氢溶解，加入过量的氢氧化铵，铈生成 $Ce(OH)_3$ 沉淀，经加热完全转化成 $Ce(OH)_4$ 沉淀与钨分离。在硫酸溶液中，用硝酸银作催化剂，加过硫酸铵将 $Ce^{3+}$ 氧化成 $Ce^{4+}$ ，以硫酸亚铁铵滴定。



过量的亚铁与邻菲罗啉指示剂反应敏锐生成红色。

## 2 试剂(分析纯)

过氧化氢(30%)。

氢氧化铵(比重0.9):5%溶液。

硝酸(比重1.42)。

硫酸(比重1.84)。

过硫酸铵(固体)。

硝酸银:2%溶液。

碳酸钠:30%溶液。

硫酸-硝酸混合酸:1:3(一份硫酸三份硝酸)。

邻菲罗啉:1.5%溶液。称取1.5g邻菲罗啉溶于少量无水乙醇中，用0.01N硫酸亚铁铵溶液稀释至100ml，贮于棕色滴瓶中。

铈标准溶液:1mg/ml。准确称取纯度为99.9%以上的二氧化铈1.2284g于600ml烧杯中，加少量水润湿，加入50ml浓硫酸及20ml过氧化氢(30%)，将氧化铈搅匀不使结成块，盖上表面皿，低温加热至试样溶解完全，在烧杯口放一玻璃三角架盖上表面皿，继续加热至冒白烟30~40min，使过量的过氧化氢全部分解。取下冷却至室温，在不断搅拌下用水稀释至500ml左右，冷却，移入1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。

硫酸亚铁铵标准溶液:0.01N。取硫酸亚铁铵4g于600ml烧杯中，加水500ml溶解，加浓硫酸50ml(混浊须过滤)，冷却后移至1000ml棕色容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

硫酸亚铁铵标准溶液对铈的滴定度( $T$ )

准确吸取1mg/ml铈标准溶液25ml于250ml锥形瓶中，加入浓硫酸6ml，用水稀释至80ml左右，加入过硫酸铵3g，溶解后加入2%硝酸银溶液2ml，用水洗锥形瓶使体积为100ml，加热煮沸至无小气泡产生，继续煮沸2~3min，用水冷却，加入1滴邻菲罗啉指示剂，用硫酸亚铁铵标准溶液，滴定至由黄色突变成红色即为终点。

$$T = \frac{A}{V \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$